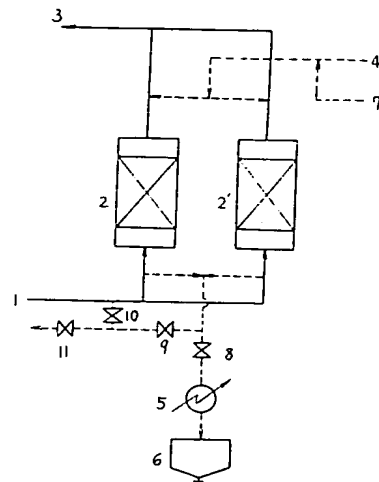


(54) RECOVERY OF ORGANIC SOLVENT

- (11) Kokai No. 52-114568 (43) 9.26.1977 (21) Appl. No. 51-31277
 (22) 3.24.1976
 (71) HITACHI SEISAKUSHO K.K.
 (72) YUUSAKU NISHIMURA(2)
 (52) JPC: 13(7)B621;13(7)A12
 (51) Int. Cl.². B01D53/04//B01D53/34,B01D53/00

PURPOSE: To recover an organic solvent without releasing the solvent into the air by the desorption of the solvent from plural adsorption towers having adsorbed the organic solvent with steam, then purging the towers with dry gas, a portion of the dry gas used for the purge being returned to the inlets of the adsorption towers.

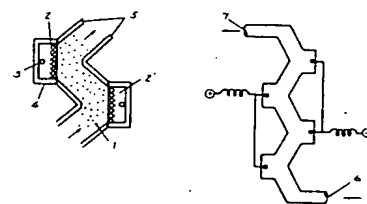
CONSTITUTION: Exhaust gas 1 containing organic solvent such as toluene, xylene, or MIBK is introduced to an adsorption tower 2, where it is liberated from the solvent by adsorption, then exhausted into the air as clean gas. When the adsorption reaches equilibrium, the tower 2 is subjected to desorption, and the tower 2' to adsorption in turn. The organic solvent adsorbed in the tower 2 is desorbed by the purge with superheated steam, then it is cooled at a cooler 5, and separated from water in a separator 6. After completion of desorption of the 2 or 2', the tower is cooled and dried with dry gas 7. In initial stage (ordinary less than 30 min.) the dry gas is returned to the tower 2 or 2' through valves 9 and 10, and is released to the air through valves 9 and 11, with the valve 10 being shut.

**(54) SUSPENSION ELECTROLYSIS**

- (11) Kokai No. 52-114570 (43) 9.26.1977 (21) Appl. No. 51-32248
 (22) 3.24.1976
 (71) TOKYO DENKI KAGAKU KOGYO K.K.
 (72) HIROYOSHI ITOGA
 (52) JPC: 13(7)D1
 (51) Int. Cl.². B01K1/00

PURPOSE: To decrease as much as possible the effect of adherence of scale to the surface of suspended particles and the effect of adherence of compounds to the surface of fixed electrodes by forced contact of the suspended particles with the fixed electrodes and arranging anodes and cathodes alternately in the direction of flow of the suspended particles.

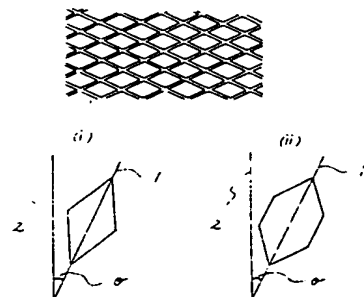
CONSTITUTION: An insulated case 5 of zigzag structure is equipped with fixed electrodes 2,2', each of which is attached to a cover 4, the cover 4 and the case 5 being bonded to each other. Each of the electrodes 2, 2' has connector hole 3, through which a cramp terminal and lead are fastened. A slurry consisting of a solution and suspended particles such as raw water to be electrolyzed flows into the case through a lower inlet 6 at a desired flow rate. The slurry is forced to contact with the electrode surfaces and is made pass through an electric field. The slurry thus treated is exhausted through an outlet 7 at the end of the cell after suspension electrolysis.

**(54) ELECTROLYSIS**

- (11) Kokai No. 52-114571 (43) 9.26.1977 (21) Appl. No. 51-31415
 (22) 3.24.1976
 (71) TOKUYAMA SODA K.K.
 (72) MASAKATSU NISHIMURA(3)
 (52) JPC: 13(7)D12;13(7)D13;15F212.121
 (51) Int. Cl.². C25B9/00,C25B11/02,C25B1/46

PURPOSE: To carry out electrolysis profitably at a high current density by use of a diaphragm electrolytic cell whose cathodes and anodes are practically vertical. The cathodes which are made of expanded metal are set so as to make the major axes of the openings incline to the vertical line at a specific angle. The gas bubbles are prevented from staying near electrodes by this way.

CONSTITUTION: In an electrolytic cell partitioned by a diaphragm into cathodic and anodic chambers, both electrodes are set vertically in effect. Electrodes are made of expanded metal (metallic material having a large number of perforation obtained by means of expanding a cut metallic plate). The expanded metal is set so that the angles θ between the major axes of the opening and the vertical line may lie in the range 0° to 45° .



⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭52—114570

⑪Int. Cl.²
B 01 K 1/00

識別記号

⑫日本分類
13(7) D 1

庁内整理番号
7268—4A

⑬公開 昭和52年(1977)9月26日

発明の数 1
審査請求 有

(全 5 頁)

⑭懸濁電解方法

番 6 号東京電気化学工業株式会
社内

⑮特 願 昭51—32248

⑯出 願 人 東京電気化学工業株式会社

⑰出 願 昭51(1976)3月24日

東京都千代田区内神田 2 丁目14

⑱発 明 者 糸雅宏好

番 6 号

東京都千代田区内神田 2 丁目14

明 細 書

1 発明の名称

懸濁電解方法

2 特許請求の範囲

複数の固定電極を対向させ懸濁粒子を固定電極の間、陰極に交互に接触させながら電解することを特徴とする懸濁電解法。

3 発明の詳細な説明

本発明は粒子を電場内に懸濁させて電解するいわゆる懸濁電解における電解方法に関する。

近年、固定電極(主極又は集電子)のみによる電解から懸濁粒子を被極性電極として用いて電解する方法が採用されつつある。

懸濁電解の特徴は大きな電極表面積が得られることにある。

懸濁電解法は従来の平面電極板を用いた電解法に比較して、電解速度、電解効率において十数倍優れ、金属の電解精製、有機物の酸化還元反応、電極触媒反応、廃水処理、燃料電池等種々の応用に試みられている。

しかし、懸濁電解を長時間にわたって持続せしめると主電極に付着物を生じ、次いで懸濁粒子表面が汚物に覆われたり、不動態化し、遂には電解を継続することが不能となる欠点があり、特に溶液中にシリカ、カルシウムなどの不純物が含有される場合はその傾向が顕著となる。

第1図に懸濁電解におけるセル構成の模式図を示す。

電解質溶液中に懸濁粒子(1)を懸濁させ、これに固定電極(2)を挿入したもので、全体の系としては浮遊懸濁でもよく、又循環懸濁でもよい。

上記構成をさらに説明するためにモデル化したものが第2図である。

懸濁電解における懸濁粒子は金属粒子の場合はその材質は鉄、銅、アルミニウムなどがあり、不溶性の粒子としては導電性を有する金属酸化物焼結体などがあり、固定電極をアノード、カソードとして電解反応を行なわせる。その結果、電解質溶液中で電位勾配が生じ、懸濁粒子と電解質溶液とで可逆電極系が構成され、懸濁粒子

(1) 表面で上記の電位勾配を緩和する方向にアノードおよびカソード反応が誘起され、いわゆる被覆化現象が起ると考えられる。

懸濁粒子(1)の固有抵抗と表面抵抗との和が電解質溶液の抵抗より小であれば、電流は懸濁粒子内を通過する。このような正常なセル構成とそれぞれの懸濁粒子(1)がもつ電解電圧以上になれば懸濁電解作用が行なわれる。

しかしながら、長時間運転をすると固定電極(2)と懸濁粒子(1)と電解質溶液との間に前記セル構成が成り立たなくなる。これは固定電極表面における付着物の析出、懸濁粒子(1)表面におけるスケールなどの防着成分の付着などが起こるためである。これが懸濁電解法の有する最も大きな欠点である。

本発明は上記懸濁電解法の有する欠点を改良するものである。以下に実施例により説明するが、まず前記した懸濁粒子と溶液中のスケール成分の付着現象について説明する。

溶液に調合液(主成分クレー、SS濃度1000

特開 昭52-114570 (2)
ppm)、懸濁粒子として鉄粉(還元鉄粉、純度97%、粒径100~200メッシュ)を使用し原水送入55ℓ/minセル内流速0.047m/sec、懸濁濃度20%印加電力100V/1A一定、主電極間5cmの条件で浮遊懸濁電解を行った。この結果15~20時間にて金属イオン(凝集フロック)の発生が停止してしまった。この原因は調合液中のスケール成分が懸濁粒子表面に付着し、その表面抵抗が高くなり、セル電流が懸濁粒子(1)内を通過せず電解質溶液内を過り電解電圧が誘起されず金属析出が損なわれるためである。

以上のように浮遊懸濁電解は短時間にてその機能(金属イオンの析出)の低下が現われ実用的でない。

これを改良するため懸濁粒子を循環懸濁法によって懸濁せしめて再度実験を試みた。

その結果循環懸濁の場合もそのセル内流速が小さいと浮遊懸濁と同様に短時間にて金属イオンの発生が損なわれることが判かった。

実験条件は溶液に前記調合液と懸濁粒子に同鉄粉を用い輸送方法はスラリーポンプ(他にはエジェクター攪拌輸送などもあるが)を用いて流速は0.6m/sec一定、印加電力100V/0.5A一定として原水送入5ℓ/minの主電極間2cm他は前記と同条件で連続運転で行った。その結果、157時間まで金属イオンの析出は継続した。このように懸濁粒子は早い流速により、相互に接触、攪拌輸送されるため浮遊懸濁とは異なり、その懸濁粒子表面にスケール付着が起こりにくく長期にわたる連続運転が可能となった。しかし157時間の長時間運転後浮遊懸濁方式では観測できなかった固定電極(2)表面の変化が認められた。特に固定電極の陰極表面にCa、Mg、Na性分の化合物の析出が認められその化合物は溶液を水道水(市水)とした場合、CaCO₃が析出する。また運転条件を変えるとCa(OH)₂が析出する場合もあった。十分な流速で循環懸濁電解を行なった場合の金属イオンの析出低下はこの陰極表面に於けるス

ケール付着が主原因である。

陰極にスケールが付着しなければ金属イオンの発生が継続することはスケールの付着した電極を薬品(塩酸、苛性ソーダなど)にて洗浄して、スケールを除いて再び懸濁電解を行えば恢復することにより確認した。第5図はその結果を示すグラフであり、ここに示すよう金属イオンの発生はある一定時間まで継続発生するが、スケールが陰極表面に一定量以上付着すると急激に金属イオンの発生が低下する。(グラフ中破線にて示す)しかし金属イオンの低下が起こる前に前記した洗浄によってスケール付着物を除去すれば金属イオンの発生は継続する。

このように懸濁粒子、固定電極と溶液の間でのスケール付着現象が懸濁電解の機能(金属イオンの発生)を低下させる。そして前記した洗浄時間のサイクルをより長くするため本発明者はこれらの現象を更に追求した。その結果懸濁粒子と固定電極とを強制的に接触させると同時に陽、陰極を懸濁粒子の懸濁輸送方向に交互に

配列するセル構成がより効果的であることをつきとめた。

第4図は一般的なパイプ状セル 成の一例である。第5図は本発明に用いられるパイプ状セル 構成の実施例である。

これら2つの方法を前記と同一条件で運転し金属イオン継続時間を比較した。第4図の方法によって得られた結果を第6図(a)、第5図に示される本発明の方法によって得られた結果を第6図(b)にそれぞれ示す。

第6図のグラフを見て明らかなように同一条件運転でもその金属イオンの発生継続時間はセル 構成(電極配置、接触ひん度など)により異なることを示している。

懸濁粒子は金属であるが一般に溶液中では正電荷を帯びる。したがって溶液中のアニオン成分がその表面に付着する傾向となる。懸濁粒子表面にアニオン成分が安定に付着している状態では金属イオンの溶出は阻害され、懸濁電解作用が停止する。

5図(b)は懸濁電解セル部の全体図であり、固定電極を2対実装した例である。

図示するように迂回構造の絶縁ケース(5)に固定電極(2)、(2')を実装構成する。固定電極(2)、(2')はそれぞれカーバ(4)に実装し、カバー(4)と絶縁ケース(5)とを接合又は溶接してある。それぞれの固定電極(2)、(2')には電気配線のためのコネクタ穴(3)を設け、このコネクタ穴(3)を利用して結付け線子、リード(図示せず)を組込む。このようにして、固定電極2、2'間を電線配線する。もちろん電極対数が増えた場合も同様に行う。

使用した固定電極は不溶性であるフェライト電極、また絶縁ケース、カバーは硬質塩化ビニール管である。

第5図(b)に示されるように下部の導入口(6)より電解されるべき原水など溶液と懸濁粒子1との混合スラリーを所定の流量(流速)にて投入させる。スラリーは電極表面に交互に強制接触しながら電界又は電場中を通過させる。目的と

しかるに図5のよう固定電極と懸濁粒子を強制接触させる構成と共に、電極を交互に配置させ陽極(陰極)に接触することにより懸濁粒子の荷電移動を用なわせるいわゆるパルス電解にて懸濁粒子表面のアニオン成分を破壊し取除くことができる。本発明の方法は継続時間にして従来法に比較して約3倍の効果を奏した。

懸濁電解においてはその懸濁粒子及び固定電極へのスケール付着防止のため循環懸濁液が流れかつ流速は早い程有利であるが実用上1~2 m/sec 以上、そして懸濁粒子と固定電極の強制接触、更には電極を交互に配列することなどが金属イオンの発生の継続に有利である。

本発明はこのような電極表面と懸濁粒子の接触反応を増大し、より高い効率での懸濁電解作用を可能とするものである。

以下、実施例によりさらに詳しく本発明を説明する。

第5図は本発明のパイプ状セル 構成の実施例であり、第5図(a)はその断面拡大図である。第

する電解作用が充分でない場合、電界強度、スラリー濃度(懸濁粒子濃度)を増減することは、もちろんであるが接触チャンス、接触時間も増減する必要がある。この場合、電極対数、セル長さを考慮すれば容易に対処しうる。このようにして処理されたスラリーはセル末端の排出口(7)より懸濁電解処理され排出される。

電極形状についてはこのパイプ状構造の他に種々の形状が考えられよう。例えばパイプを旋回させその内側、外側に陽、陰極をそれぞれ配置すること、また攪拌機を用いた輸送方法で電極パイプを使用するのも一つの方法である。

これらのうち、電気絶縁材で作った回転体を用いた具体例を第7図に示す。

回転体(13)、(13')に固定電極(2)、(2')を組み込み、絶縁ケース(5)に適當な間隔に回転軸(14)を設ける。絶縁ケース(5)の開口部にシール(10)を設置し、固定電極(2)、(2')(回転体(8)、(8'))をはめ込む。全体としては回転体(8)(8')は前記したパイプ状セルと同様に交互に配列されるように構

成する。そして回転体(8)(8')を同一回転数で逆回転して動作させる。このような回転板を用いた懸濁電解用セルの場合同一回転体上に陰陽極を設けることも可能であり、その一例を第8図に示す。同図には一つの回転体に単極を設けた例を示した。

この回転体を用いた懸濁電解法は陰極表面に付着するスケールなどの成分を回転させることにより懸濁粒子との引っかかり、シール(10)による剝離などの有効な効果が期待される。

もちろん回転軸(9)の絶縁ケース(5)への接近により、懸濁粒子との強制接触もさらに充分に行える。

以上述べたように、懸濁電解においては懸濁粒子表面と溶液とのスケール付着などの変化及び、固定電極表面への化合物などの付着による変化を極力少くすることが重要であり、そのため本発明のごとく懸濁粒子と固定電極の強制接触を行なわせると同時に懸濁粒子の輸送方向に陽、陰極を交互に配列して行うことにより長期

に渡る懸濁電解を有利に行うことができるものである。

4 図面の簡単な説明

第1図は懸濁電解のセル構成の模式図であり、第2図は第1図に示されたセル構成をさらにモデル化したものである。

第3図は懸濁電解における時間に対する金属イオンの発生量の関係を示す。

第4図は従来より用いられているパイプ状セル構成を示す。

第5図(a)、(b)は本発明に用いられる懸濁電解セル構成を示す。

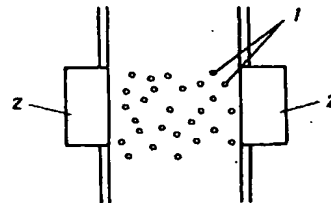
第6図(a)は第4図に示されたセル構成によって得られた運転時間に対する金属イオンの発生量の関係を示し、第6図(b)は第5図に示される本発明によって得られた運転時間に対する金属イオンの発生量の関係を示す。

第7図および第8図は本発明に用いられる懸濁電解セルを説明するための他の実施例を示す。
(1)…懸濁粒子、 (2)…固定電極、

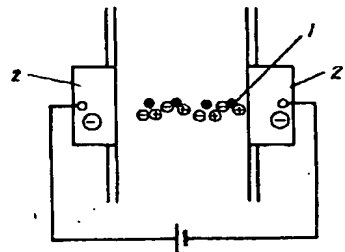
- | | |
|------------|----------------|
| (3)…コネクター、 | (4)…カバー、 |
| (5)…絶縁ケース、 | (6)…導入口、 |
| (7)…排出口、 | (8)…回転体、 |
| (9)…回転軸、 | (10)…引っかかりシール。 |

特許出願人 東京電気化学工業株式会社
代 理 者 森 野 福 次 郎

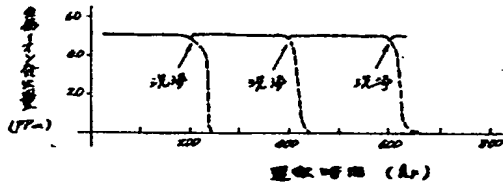
オ 1 図



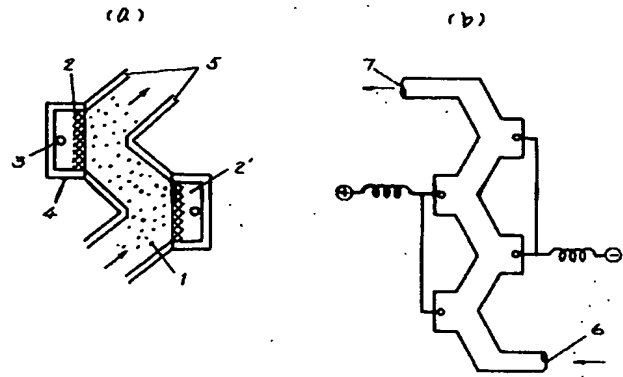
オ 2 図



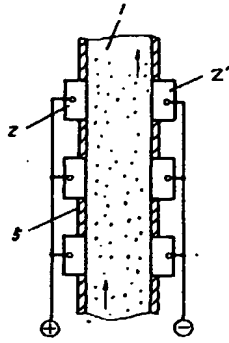
才 3 図



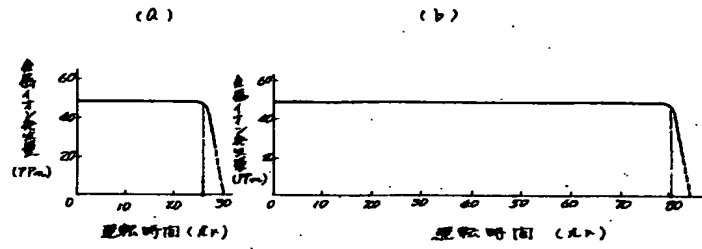
才 5 図



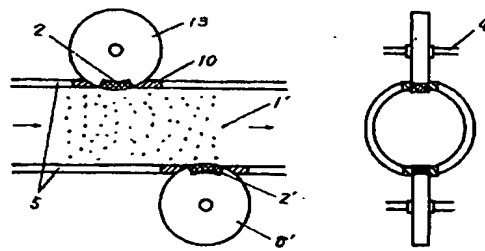
才 4 図



才 6 図



才 7 図



才 8 図

